

Partial Translation of
JP 53(1978)-18615

5 Publication Date: February 21, 1978

Title of the Invention: METHOD OF VAPOR-DEPOSITING TRANSITION
METAL CARBIDE BY HOLLOW CATHODE
DISCHARGE

10 Application No.: 51(1976)-92774

Filing Date: August 5, 1976

Inventor: Soji KOMIYA

Applicant: NIHON SHINKU GIJUTSU KABUSHIKI KAISHA

15

(Page 1, left column, line 4 - right column, line 3)

2. CLAIMS

1. A method of vapor-depositing a transition metal carbide by hollow
20 cathode discharge, comprising the steps of:
irradiating a hollow cathode discharge electron beam generated from
a hollow cathode discharge electron gun onto a carbon evaporating source
and a transition metal evaporating source; and
vapor-depositing as a carbide on a base for vapor-deposition carbon
25 and transition metal atoms (or molecules) that have evaporated respectively
from the evaporating sources along with a carbon cation and a transition
metal cation that are made when the carbon and transition metal atoms (or
molecules) pass through a hollow cathode discharge space.
2. The method according to claim 1,
30 wherein the transition metal evaporating source is formed of a
transition metal alloy.
3. The method according to claim 1
wherein a single hollow cathode discharge electron gun is used with
respect to the evaporating sources.
- 35 4. The method according to claim 1,
wherein separate hollow cathode discharge electron guns are used

with respect to the evaporating sources, respectively.

(Page 2, upper left column, line 18 – lower left column, line 2)

5

FIG. 1 shows an example in which evaporation of carbon and metal evaporating sources is performed using an electron beam irradiated from a single HCD electron gun. An electron beam 6 irradiated from a HCD electron gun 4 is deflected toward a transition metal (M) evaporating source 2 and a carbon (C) evaporating source 3 by a known unit. An evaporating metal (M), evaporating carbon (C), a metal cation (M^+), a metal fast neutral particle (M°), a carbon cation (C^+), and a carbon fast neutral particle (C°) evaporate from these evaporating sources [7]. Each of these evaporating sources may be provided with an auxiliary heating device 5 (of a resistance heating type, for example), and an amount of evaporation from each of the evaporating sources can be controlled by the auxiliary heating device. Meanwhile, a voltage of 0 to -150 volts has been applied to a base 1 for vapor-deposition. Therefore, M^+ , C^+ , and fast particles thereof, which have evaporated, are combined to form a carbide, and the carbide is absorbed in the surface of the base 1, and thus a vapor-deposition film 8 without an impurity is formed.

FIG. 2 shows an example in which evaporation of the evaporating sources is performed by means of irradiation by separate HCD electron guns 4 and 4, respectively. In this case, heating of the evaporating sources can be controlled independently and freely, thereby further ensuring the above-described effect.

In the present invention, a transition metal refers to a single element of any one of Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo and W or an alloy based on these metals. In the case of using an alloy, a configuration using two or more evaporating sources also is possible.

⑨日本国特許庁
公開特許公報

⑩特許出願公開
昭53—18615

⑪Int. Cl.²
C 23 D 5/10
C 23 C 13/02

識別記号

⑫日本分類
20(3) E 0
13(7) D 61

庁内整理番号
6816—41
7128—42

⑬公開 昭和53年(1978)2月21日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ホロー・カソード放電による遷移金属炭化物
の蒸着法

東京都世田谷区等々力1の29の
7

⑮特 願 昭51—92774

⑯出 願 人 日本真空技術株式会社
茅ヶ崎市萩園2500番地

⑰出 願 昭51(1976)8月5日

⑱代 理 人 弁理士 朝内忠夫 外3名

⑲発 明 者 小宮宗治

明 細 書

1. 発明の名称 ホロー・カソード放電による遷移金属炭化物の蒸着法

電電子銃を用いる特許請求の範囲第1項記載のホロー・カソード放電による遷移金属炭化物の蒸着法。

2. 特許請求の範囲

1. ホロー・カソード放電電子銃より発生したホロー・カソード放電電子ビームを炭素蒸発源および遷移金属蒸発源に照射し、該各蒸発源より蒸発した炭素および遷移金属原子(又は分子)、更にそれらがホロー・カソード放電空間を通過する際につくられた炭素陽イオンおよび遷移金属陽イオンを炭化物として被蒸着基体上に蒸着させることを特徴とするホロー・カソード放電による遷移金属炭化物の蒸着法。

2. 遷移金属蒸発源が遷移金属基合金からなる特許請求の範囲第1項記載のホロー・カソード放電による遷移金属炭化物の蒸着法。

3. 各蒸発源に対し単一のホロー・カソード放電電子銃を用いる特許請求の範囲第1項記載のホロー・カソード放電による遷移金属炭化物の蒸着法。

4. 各蒸発源に対し個々のホロー・カソード放

3. 発明の詳細な説明

本発明はホロー・カソード放電(Hollow Cathode Discharge: 以下単にHCDと言う)を用いる遷移金属炭化物の蒸着法に関する。

ホロー・カソード放電(HCD)では、低電圧、大電流の電子ビームが得られることが知られているので、この特性を利用してHCD蒸着法が開発されており、このHCD蒸着法では他の蒸着法では得られない多量の金属陽イオン(M^+)と金属の高速中性粒子(M^0)が蒸発原子(M)と同時に被蒸着基体面に入射されることが知られており、この操作に当り活性ガスを蒸着槽内に適当な圧力(例えば $1 \sim 9 \times 10^{-4}$ トー)で導入すると化合物蒸着膜(炭化物蒸着膜を得る場合には例えば C_2H_2 等の炭化水素ガス)が得られることが知られている。

しかし乍ら、蒸着操作に当り活性ガスが蒸発原

子(M)とのゲッター作用や吸着によつて、化合物を生成する他に活性ガス成分元素が不純物として蒸着膜中に包含される可能性があることも実験の結果判明しており、これら不純物は蒸着した化合物膜の諸特性を低下させる可能性がある。

本発明は上記のような公知のHCD蒸着法の欠点を排除するために開発された改良HCDによる遷移金属炭化物の蒸着法に係り、本発明の要旨とするところは前記特許請求の範囲各項に記載したとおりであるが、本発明方法では活性ガスを使用することなく、炭素を炭素蒸発源から蒸発させることにより、不純物成分の蒸着膜へのまき込みを殆んど皆無とすることができる。

本発明の具体的実施態様を添付図面に基づいて説明するが、本発明方法をこれら具体例のみ限定するものでない。なお、図面中同一符号は同一部材を示す。

第1図は炭素及び金属夫々の蒸発源を単一のHCD電子銃より照射された電子ビームによつて蒸発させる例を示し、HCD電子銃より照射され

ースとする合金を用い、合金の場合は蒸発源を2個以上とすることもできる。

実施例1

第1図に示す装置を用い、金属蒸発源を金属クロム、炭素蒸発源を黒鉛として炭化物の蒸着を下記の諸条件で行つた：

HCD電子銃出力：5KW最高

真空度： $\sim 2.5 \times 10^{-6}$ トーラ

蒸着速度： $\sim 2000 \text{ \AA}/\text{分}$

被蒸着基体：普通鋼

基体表面上に蒸着された炭化クロム膜は、炭化クロムの理論的硬度に近似の硬度を有しかつ靱性ある蒸着膜が得られ、耐摩耗かつ耐蝕性の蒸着膜を得ることができた。

実施例2

金属蒸発源として金属チタニウムを用いる外は、実施例1と同様に下記の諸条件下で蒸着を行つた：

HCD電子銃出力：5KW

真空度： $\sim 1 \times 10^{-3}$ トーラ

た電子ビームは周知の手段により遷移金属(M)蒸発源2および炭素(C)蒸発源3に向けて偏向させられ、これら各蒸発源から蒸発金属(M)と蒸発炭素(C)金属陽イオン(M^+)と金属の高速中性粒子(M^0)および炭素陽イオン(C^+)と炭素高速中性粒子(C^0)が蒸発する。なおこれら蒸発源には夫々補助加熱装置5(例えば抵抗加熱方式)を具備せしめてもよく、この補助加熱装置によつて蒸発源夫々の蒸発量を調節することができる。一方被蒸着基体1は0～150ボルトの電圧が印加してあり、従つて蒸発された M^+ と C^+ およびこれらの高速粒子が結合して炭化物となり、基体1の表面に吸引されて不純物を含まない蒸着膜8が生成される。

第2図は蒸発源を別個のHCD電子銃4、4で照射し蒸発させる例であり、この場合は各蒸発源夫々の加熱を独立かつ自由に制御できるので、上記した効果が一層顕著である。

本発明で言う遷移金属とはTi, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo およびW単体またはこれら金属をベ

蒸着速度： $\sim 200 \text{ \AA}/\text{分}$





基体表面上に蒸着された炭化チタニウム膜は、その理論的硬度に近い極めて高い硬度を有し、しかも靱性のある炭化チタニウム蒸着膜が得られた。この炭化チタニウム膜は工具等の表面被覆として施し、耐摩耗性を付与するために用いることができ、工具の寿命を2倍以上に向上することができる。

本発明方法による蒸着膜は不純物を含有しないので、次のような諸特性を有する：

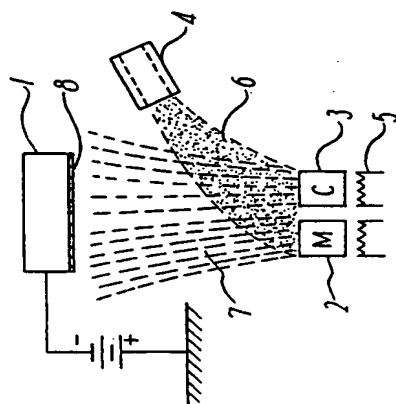
- (1) 密度が高いこと、
- (2) ガスによる欠陥を有しないこと、
- (3) 密着性が良好であること(界面に不純物を含まない)、
- (4) 化学量論的に正規な組成を有すること、
- (5) 蒸着膜表面の平滑性が秀れていること、
- (6) 耐摩耗性、耐食性が良好であること、
- (7) 高硬度であること、
- (8) 靱性に富んでいること。

「図面の簡単な説明」

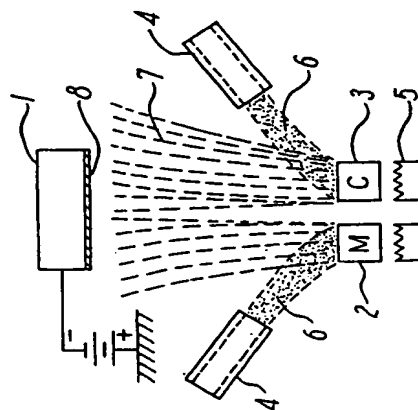
第1図は単一のHCD電子銃を用いる本発明方法の一実施態様を示す略図、第2図は複数のHCD電子銃を用いる他の実施態様を示す略図であり、図中1は被蒸着基体、2は遷移金属蒸発源、3は炭素蒸発源、4はHCD電子銃5は補助加熱装置、6は電子ビーム、7は蒸発粒子および陽イオンの流れを示す。

代理人	朝	内	忠	夫	
同	八	木	田	茂	
同	浜	野	孝	雄	
同	森	田	哲	二	

第1図



第2図



手続補正書(自発)

昭和51年9月1日

特許庁長官 殿

特開 昭53-18615(4)

5. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

6. 補正の内容

- (1) 明細書第2頁下から第3行の「 C_2H_2 」を「 C_2H_4 」と補正する。

1. 事件の表示

昭和51年特許願第92774号

2. 発明の名称

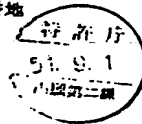
ホロー・カソード放電による遷移金属
炭化物の蒸着法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地

名称 日本真空技術株式会社



4. 代理人

住所 東京都港区西新橋1丁目2番9号、三井物産館内
金丸特許事務所内

(6145) 氏名 朝 内 忠 夫

